

Chemical microreactors and method for producing same

Patent Number: ☐ US6409072
 Publication date: 2002-06-25
 Inventor(s): BREUER NORBERT (DE); MEYER HEINRICH (DE)
 Applicant(s): ATOTECH DEUTSCHLAND GMBH (DE)
 Requested Patent: ☐ DE19708472
 Application Number: US19990380055 19991025
 Priority Number (s): DE19971008472 19970220; WO1998DE00519 19980217
 IPC Classification: C03F1/20
 EC Classification: B01J19/00R, G03F7/00
 Equivalents: ☐ CA2282354, ☐ EP0961953 (WO9837457), B1, ES2205468T, JP2001524019T, TW438624, ☐ WO9837457

Abstract

Chemical microreactors for chemical synthesis and their methods of manufacture are known, but have disadvantages such as extremely high manufacturing costs or poor flexibility for adaptation to various cases of application. These disadvantages are avoided by means of the microreactors and manufacturing methods according to the invention. The microreactors are characterized in that the reactors contain fluid ducts in at least one plane as well as feed and return lines for fluids, wherein the fluid ducts are defined by side walls of metal opposing each other and further side walls of metal or plastic extending between said side walls, and in which the planes are connected together and/or with a closure segment closing open fluid ducts by means of appropriate solder or adhesive layers. The manufacturing method is characterized by process sequences in which the individual reactor planes produced by means of electrolytic methods, are connected together by soldering or gluing

Data supplied from the esp@cenet database - I2

BEST AVAILABLE COPY



①9 **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 197 08 472 A 1**

⑦① Aktenzeichen: 197 08 472.9
⑦② Anmeldetag: 20. 2. 97
⑦③ Offenlegungstag: 24. 9. 98

⑤① Int. Cl.⁶:
G 03 F 7/00
B 01 J 19/00
C 25 D 1/00
C 23 C 18/31
C 23 F 17/00
C 07 B 61/00
// H05K 3/00

DE 197 08 472 A 1

⑦① **Anmelder:**
Atotech Deutschland GmbH, 10553 Berlin, DE

⑦④ **Vertreter:**
Patentanwälte Effert, Bressel und Kollegen, 12489
Berlin

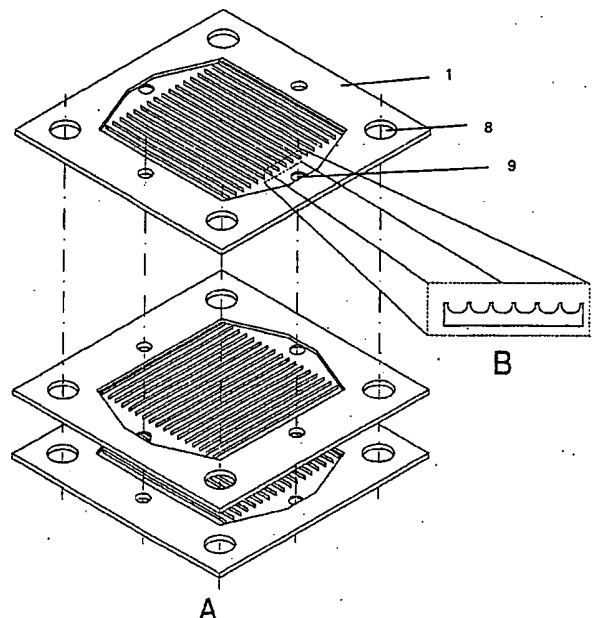
⑦② **Erfinder:**
Breuer, Norbert, Dr., 10587 Berlin, DE; Meyer,
Heinrich, Dr., Dr., 14109 Berlin, DE

⑤⑤ **Entgegenhaltungen:**
MENZ, W.: Die Mikrosystemtechnik und ihre
Anwendungsgebiete, in: Spektrum der
Wissenschaft, 1994, Febr., S. 92-99;
MENZ, W.: Die industrielle Anwendung der
Mikrosystemtechnik, in: Automatisierung
technische Praxis, 1995, 37, Nr. 11,
S. 12-22;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ⑤④ **Herstellverfahren für chemische Mikroreaktoren**
⑤⑦ Chemische Mikroreaktoren zur chemischen Synthese sind bekannt. Diese werden nach bekannten Verfahren hergestellt. Jedoch weisen sie unterschiedliche Nachteile auf, wie beispielsweise sehr hohe Herstellkosten oder eine geringe Flexibilität für die Anpassung an verschiedene Anwendungsfälle. Mit dem Verfahren der vorliegenden Erfindung werden diese Nachteile vermieden. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß Mikroreaktoren hergestellt werden, die mindestens ein Substrat mit Metalloberflächen mit Fluidkanälen sowie Zu- und Ableitungen für Fluide umfassen. Zur Herstellung werden zunächst Fluidkanalstrukturen auf den Oberflächen des Substrats mittels photolithographischer oder Siebdruckverfahren gebildet und anschließend die Fluidkanäle mittels der Fluidkanalstrukturen durch Metallabtrags- oder -auftragsverfahren.



DE 197 08 472 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren für chemische Mikroreaktoren, die in der chemischen Industrie unter anderem für Syntheseverfahren eingesetzt werden können.

In der Literatur wird seit einigen Jahren über chemische Mikroreaktoren berichtet, die gegenüber den herkömmlichen Produktionsanlagen zur Herstellung chemischer Verbindungen Vorteile aufweisen. Bei der Umsetzung chemischer Verfahren in den großtechnischen Produktionsmaßstab besteht das grundsätzliche Problem, daß die Abmessungen der Produktionsanlagen um mehrere Größenordnungen größer sind als die im Labormaßstab zur Entwicklung der Verfahren verwendeten Geräte. Wird beispielsweise eine chemische Synthese betrachtet, so ist die relevante Größenskala der miteinander reagierenden chemischen Spezies durch deren Molekülgröße bestimmt, die im allgemeinen im Bereich von unter einem Nanometer bis zu einigen Nanometern beträgt. Für Diffusions- und Wärmetransportphänomene sind Längen von einigen Millimetern bis in den Mikrometer-Bereich relevant. Auf Grund der großtechnisch benötigten Produktionsvolumina haben chemische Reaktoren meistens Abmessungen, die in der Größe zwischen wenigen Zentimetern bis zu mehreren Metern liegen. Daher können die im Labormaßstab gewonnenen Erkenntnisse über die Verfahrensführung nicht direkt in den großtechnischen Maßstab übernommen werden. Bereits beim Vermischen von Flüssigkeiten ist ein Rührwerk primär dafür nötig, den Stofftransport dadurch zu vergrößern, daß die Abstände zwischen Gebieten unterschiedlicher Konzentration verringert werden. Aus den unterschiedlichen Dimensionen der Reaktoren ergibt sich auch das sogenannte scale-up-Problem. Eine chemische Reaktion, die im Labormaßstab optimiert wurde, wird danach nicht sofort auf die Produktionsanlage sondern zunächst auf eine Pilotanlage mit Dimensionen zwischen dem Labor- und dem Produktionsmaßstab übertragen, bevor sie schließlich in der großtechnischen Produktion eingesetzt wird. Problematisch ist, daß jede Stufe dieser Verfahrensentwicklung eines eigenen Optimierungszyklus bedarf, wobei jeder dieser Zyklen additiv in die für die Prozeßeinführung benötigte Entwicklungsdauer eingeht. Bei der heterogenen Katalyse dagegen werden die Katalysatorpartikel oft auf poröse Träger aufgebracht, deren Porengröße in dem für den Stofftransport relevanten Größenordnungsbereich (Millimeter- bis Mikrometerbereich) liegt.

Um die vorgenannten Probleme bei der Übertragung eines Verfahrens vom Labor- zum Produktionsmaßstab zu lösen, wurde vor einigen Jahren das Konzept der sogenannten Mikroreaktoren entwickelt. Hierbei handelt es sich um eine Anordnung mehrerer Reaktionszellen, deren Abmessungen von wenigen Mikrometern bis zu einigen Millimetern betragen. Diese Reaktionszellen werden so gestaltet, daß in ihnen physikalische, chemische oder elektrochemische Reaktionen ablaufen können. Im Gegensatz zu einem herkömmlichen porösen System (heterogene Katalyse) sind die Abmessungen der Zellen in einem Mikroreaktor definiert, also planmäßig mit einem technischen Verfahren hergestellt. Auch die Anordnung der einzelnen Reaktionszellen im Ensemble des Reaktors ist ebenfalls geordnet, insbesondere periodisch in einer oder zwei Dimensionen. Zu den Mikroreaktoren im erweiterten Sinne werden auch die notwendigen Zu- und Ableitungsstrukturen für die Fluide (Flüssigkeiten und Gase) sowie Sensoren und Aktoren gerechnet, beispielsweise Ventile und Heizelemente, die den Stoffstrom durch die einzelnen Zellen kontrollieren.

Eine einzelne Reaktorzone weist eine laterale Ausdehnung auf, die in der für einen optimalen Stoff- und Wärme-

transport günstigen Größenordnung liegt. Da der Volumenstrom durch eine einzelne Reaktorzone sehr klein ist, wird der gesamte Reaktor durch Vervielfältigung dieser Elementarzelle auf das technisch notwendige Maß vergrößert.

Durch die kleinen Abmessungen werden lokale Unterschiede der Konzentration und Temperatur in den Fluidströmen auf ein minimales Maß verringert. Dadurch lassen sich die Prozesse sehr viel genauer auf die optimalen Reaktionsbedingungen einstellen, so daß die Umsatzraten bei einer chemischen Reaktion bei gleicher Verweilzeit vergrößert werden können. Darüber hinaus können die Reinheit und Ausbeute der synthetisierten Stoffe durch Einstellen nahezu günstigster Reaktionsbedingungen optimiert werden. Dadurch können auch solche chemischen Umsetzungen realisiert werden, die auf herkömmlichem Wege nicht erhältlich sind.

Zur Herstellung der chemischen Mikroreaktoren gab es eine Reihe von Vorschlägen.

Zum einen kann ein Mikroreaktor beispielsweise durch Stapeln von mehreren Kupferfolien hergestellt werden, in die zur Bildung von Strömungskanälen mittels eines Diamantwerkzeuges Rillen eingeritzt werden. Beispielsweise wird von D. Hönicke und G. Wiesmeier in dem Aufsatz "Heterogeneous Catalyzed Reactions in a Microreactor in DECHEMA Monographs" Volume 132, Papers of the Workshop on Microsystem Technology, Mainz, 20. bis 21. Februar 1995, Seiten 93 bis 107 ein derartiger Mikroreaktor beschrieben, der zur teilweisen Oxidation von Propen zu Acrolein eingesetzt wird. Zur Durchführung der Reaktion war es erforderlich, die entstehenden Kupferkanäle durch Teiloxidation zu Kupfer-(I)-Oxid umzuwandeln.

Zur genauen und reproduzierbaren Herstellung der feinen Strukturen wird ein für solche Zwecke geeigneter Mikropositioniertisch benötigt. Die einzelnen Reaktionszellen werden grundsätzlich seriell und damit in zeit- und kostenintensiver Weise gefertigt. Mit dem LIGA-Verfahren (Lithographie, Galvano-Formung, Abformung) wird eine Kunststoffschicht, meistens Polymethylmethacrylat (PMMA), mittels Synchrotron-Strahlung belichtet und anschließend entwickelt. Die derart erzeugte Struktur wird elektrolytisch mit einem Metall ausgefüllt. Die Metallstruktur kann dann in weiteren Verfahrensschritten mittels einer Kunststoffreplizierung weiter abgeformt werden. Ein derartiges Verfahren wurde von W. Ehrfeld und H. Lehr in Radiat. Phys. Chem. Band 45 (1995) Seiten 349 bis 365 beschrieben.

Eine mit dem LIGA-Verfahren verwandte Technik, die ohne die sehr aufwendige Synchrotron-Strahlung auskommt, ist das sogenannte Laser-LIGA-Verfahren. Hierbei wird die Kunststoffschicht aus PMMA mit einem leistungsfähigen UV-Laser strukturiert und anschließend wie im LIGA-Verfahren galvanisch abgeformt (W. Ehrfeld et al., "Potentials and Realization of Microreactors" in DECHEMA Monographs Volume 132, Seiten 1 bis 29).

Sowohl das herkömmliche LIGA-Verfahren als auch das Laser-LIGA-Verfahren sind außerordentlich aufwendig, da sie zur Strukturierung der Kunststoffschicht sehr teure Einrichtungen benötigen.

Ferner ist aus dem vorgenannten Aufsatz von W. Ehrfeld et al., "Potentials and Realization of Microreactors" ein Verfahren zum Herstellen von chemischen Mikroreaktoren bekannt, bei dem ein photoempfindliches Glas, beispielsweise FOTURAN® (Schott Glaswerke, Mainz) eingesetzt wird. Hierzu wird ein Abbild der zu erzeugenden Struktur mit UV-Licht auf den Glaskörper übertragen. Durch eine anschließende Wärmebehandlung kristallisieren ausschließlich die belichteten Bereiche im Glas. Diese können danach in einer Flußsäurelösung bevorzugt weggeätzt werden. Dieses Verfahren weist den Vorteil auf, daß die Reaktionskanäle

durch die parallele Belichtung und das Ätzverfahren schnell reproduziert werden können. Allerdings können nur bestimmte Gläser eingesetzt werden, so daß diese Herstellmethode zum einen teuer und insbesondere nur auf einige Anwendungsfälle beschränkt ist.

Auch die Methoden, die in der Halbleiterindustrie zur Strukturierung von Siliziumoberflächen entwickelt worden sind, wurden ebenfalls zur Herstellung von Mikroreaktoren übernommen. Beispielsweise wurde von J.J. Lerou et al. in dem Fachaufsatz "Microfabricated Minichemical Systems: Technical Feasibility DECHEMA Monographs Volume 132, Seiten 51 bis 69) ein Verfahren beschrieben, bei dem drei geätzte Silizium-Wafer und zwei End-Wafer an den Außenseiten miteinander verbunden wurden. Ferner wurde ein mit polykristallinen Silberpartikeln gefüllter Wärmeaustauscher, der ebenfalls als Mikroreaktor ausgebildet war, verwendet. Auch dieses Verfahren ist nur begrenzt einsetzbar, da ausschließlich Silizium verwendet werden kann.

Die bisher bekannten Methoden zur Herstellung von Mikroreaktoren weisen daher vielfältige Nachteile auf, unter anderem, daß nur mit einer zeit- und/oder kostenintensiven Methode strukturierte Metalloberflächen im Reaktor erzeugt werden können oder ausschließlich Glas beziehungsweise Silizium eingesetzt werden, die für bestimmte Anwendungen nicht gut geeignet sind.

Der vorliegenden Erfindung liegt von daher das Problem zugrunde, chemische Mikroreaktoren herzustellen, die für eine Vielzahl von unterschiedlichen Anwendungen geeignet sind, wobei das Herstellverfahren preiswert sein soll und schnell durchgeführt werden kann. Insbesondere sollen derartige Mikroreaktoren auch in großen Stückzahlen hergestellt werden können.

Das Problem wird gelöst durch das Verfahren nach Anspruch 1. Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung sind in den Unteransprüchen angegeben. Eine vorteilhafte Verwendung der nach dem Verfahren hergestellten Mikroreaktoren ist in Anspruch 17 angegeben.

Durch Verwendung von mit Metalloberflächen versehenen Substraten, aus denen die chemischen Mikroreaktoren hergestellt werden können, ist eine sehr flexible Anpassung an den jeweiligen Anwendungsfall durch Wahl geeigneter Materialkombinationen möglich.

Dadurch wird auch die Möglichkeit eröffnet, die Verbindung der strukturierten Reaktorebenen in einen Gesamtprozeß zu integrieren, um gestapelte Reaktoren herstellen zu können. Ein muß nicht wie bei der Verwendung von Kupferfolien ein Diffusionsschweißverfahren oder bei Verwendung von Silizium-Wafern ein anodisches Bondverfahren eingesetzt werden. Vielmehr können die einzelnen Reaktorebenen mit beliebigen anderen Fügetechniken, beispielsweise auch durch Löten verbunden werden. Dadurch können einzelne Ebenen des Mikroreaktors bereits mit mittlerer Temperaturbelastung der Substrate zu Stapeln zusammengefügt werden. Die Löttemperatur kann auch durch Wahl bestimmter Lote auf geringe Werte gesenkt werden. Dadurch ist es möglich, auch temperaturempfindliche Substratoberflächen für die Anwendung bei der chemischen Synthese zu präparieren.

Ferner kann die innere Oberfläche des erfindungsgemäßen Reaktors auch nach dem Zusammenfügen noch chemisch oder strukturell verändert und dadurch gemäß den Anforderungen des spezifischen chemischen Verfahrens optimiert werden. Des weiteren besteht die Möglichkeit, zusätzlich zu den Metallschichten auch fast beliebige Kunststoffschichten in den Reaktor zu integrieren, da Verbundmaterialien von Metallen mit Kunststoffen in einer fast unbegrenzten Anzahl zur Verfügung stehen. Auch dadurch können die verwendeten Materialien an die spezifischen Anforderungen

des jeweiligen Anwendungsfalles angepaßt werden.

Die herstellbaren Kanäle können sehr gleichmäßig erzeugt werden. Eine Gratbildung wie beim mechanischen Ritzten von Kupferfolien und ein Werkzeugverschleiß tritt nicht auf. Ein weiterer wesentlicher Vorteil besteht darin, alle Reaktorebenen gleichzeitig herstellen zu können. Es ist nicht erforderlich, die einzelnen Verfahrensstufen nacheinander zu durchlaufen. Da die einzelnen Kanalebenen bzw. Module im wesentlichen gleichzeitig erzeugt werden können, kann der gesamte Reaktor mit geringeren Toleranzen hergestellt werden. Es wird zudem eine hohe Reproduzierbarkeit der Grundstrukturen ermöglicht.

Die hergestellten Reaktoren sind im übrigen billig, da keine übermäßig aufwendigen Vorrichtungen beim Herstellungsprozeß erforderlich sind. Die beim LIGA-Verfahren gebildeten Resiststrukturen weisen zwar eine extreme Kantenteilheit und ein sehr großes Aspektenverhältnis auf. Während diese Eigenschaften für die Herstellung von mikromechanischen Komponenten, für die dieses Verfahren ursprünglich entwickelt worden ist, unerlässlich sind, sind sie für die Herstellung von chemischen Mikroreaktoren entbehrlich. Unter Vermeidung der teuren Synchrotronstrahlung bzw. der teuren UV-Laservorrichtungen und der notwendigen teuren Masken können auf photolithographischem Wege oder sogar mittels Siebdruck Strukturen erzeugt werden, mit denen die Anforderungen an die mittleren Dimensionen bei Mikroreaktoren erfüllt werden können.

Aus den vorgenannten Gründen ist das erfindungsgemäße Verfahren außerordentlich flexibel einsetzbar, die Einzelkomponenten können in großer Stückzahl, preiswert und mit hoher Maßgenauigkeit hergestellt werden.

Als chemische Mikroreaktoren werden Vorrichtungen mit Fluidkanälen aus mindestens einer Reaktorlage verstanden, die neben den eigentlichen Reaktionszonen gegebenenfalls auch Hilfszonen aufweisen, die zum Mischen, Dosieren, Heizen, Kühlen oder Analysieren der Ausgangsstoffe oder der Endprodukte dienen. Jede Zone ist durch einen an die jeweiligen Anforderungen angepaßten Aufbau charakterisiert. Während Heiz- und Kühlzonen entweder als Wärmetauscher oder mit elektrischen Widerstandsheizungen bzw. elektrischen Kühlelementen ausgerüstete Reaktorabteile ausgebildet sind, weisen Analysenzonen angepaßte Sensoren auf, Dosierzonen enthalten beispielsweise Mikroventile und Mischzonen beispielsweise Kanäle mit geeignet geformten Einbauten zur Verwirbelung der zusammengeführten Fluide.

Zur Herstellung der Mikroreaktoren können unterschiedliche Substrate eingesetzt werden: Zum einen sind hierzu Metallfolien geeignet, beispielsweise Stahl-, Edelstahl-, Kupfer- oder Aluminiumfolien. Deren Dicke sollte im Bereich von 5 µm bis 1 mm liegen. Folien mit einer Dicke unter 5 µm sind weniger gut geeignet, da in ihnen keine ausreichend weiten Kanäle gebildet werden können. Wird als Substrat eine reine Metallfolie verwendet, so ergibt sich bei derartig geringen Metallschichtdicken das weitere Problem, daß diese Folien nur noch äußerst schwierig handhabbar sind. Folien mit einer Dicke über 1 mm würden dagegen zu einem dicken Reaktorstapel führen.

Des weiteren sind auch mit Metall beschichtete Folien als Substrate einsetzbar. Hierzu werden Kunststoff-, Glas- oder Keramikwerkstoffe verwendet, die ein- oder zweiseitig mit Metall beschichtet sind. Beispielsweise sind mit Kupferfolien kaschierte Epoxidharz- oder Polyimidlamine geeignet. Eine Möglichkeit zur Erzeugung der mit Metall beschichteten Kunststoffolien besteht auch darin, diese mit bekannten chemischen Methoden zu metallisieren. Hierzu muß die Folie zunächst mittels chemischer oder physikali-

scher Verfahren oberflächlich vorbehandelt werden, indem diese beispielsweise in Ätzlösungen oder mittels einer Plasmaentladung unter Verwendung geeigneter Gase aufgeraut wird. Anschließend werden die Kunststoffolien nach geeigneter weiterer Vorbehandlung, beispielsweise einer Reinigung, Konditionierung und Aktivierung stromlos und/oder elektrochemisch metallisiert. Die Stabilität der Kunststoffschicht, insbesondere von Epoxidharz, wird häufig durch Einbetten von Glasfaser- oder Aramidgeweben vergrößert.

Andere chemisch beständige Materialien sind unter anderem Polytetrafluorethylen oder andere halogenierte Polyalkane. Derartige chemisch beständige Materialien lassen sich beispielsweise durch plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung (PECVD) aktivieren. Auf solchen aktivierten Oberflächen können durch stromlose Metallabscheidung beispielsweise haftfeste Nickel/Phosphor- oder Kupferschichten gebildet werden. Auch die haftfeste Beschichtung von Glas- oder Keramikwerkstoffen ist nach bekannten Verfahren ohne weiteres möglich, beispielsweise durch alkalische Anätzen vor dem Aktivieren und stromloses Metallisieren. Durch die Beschichtung der chemisch beständigen Kunststoffe mit Metallen können diese Materialien leichter haftfest miteinander verbunden werden. Ein derartiger Verbund der Polytetrafluorethylenfolien ist mit nicht metallisierten Laminaten nicht ohne weiteres möglich.

Zur Bildung der Fluidkanäle können verschiedene Verfahren eingesetzt werden. In einer Verfahrensweise wird von ganzflächig mit Kupfer beschichteten Substraten ausgegangen. Die hierfür geeigneten Verfahren zur Bildung der Kanäle sind nachfolgend aufgezeigt. Nach einer anderen Verfahrensvariante können die Fluidkanäle auch durch additives Aufbauen der Metallschichten ausschließlich in den Bereichen auf den Substraten erzeugt werden, die nicht den Kanalstrukturen entsprechen. Hierfür stehen ebenfalls geeignete Verfahren zur Verfügung.

Die bevorzugten Verfahrensalternativen zur Bildung einzelner Reaktorebenen sind in den nachstehenden Schemata dargestellt:

Schema 1 (Ätztechnik)

- 1) Bilden von Fluidkanalstrukturen auf den Metalloberflächen mittels einer Photoresistschicht, so daß die Metalloberflächen von der Photoresistschicht teilweise bedeckt werden;
- 2a) zumindest teilweises stromloses und/oder elektrochemisches Abätzen von Metall von den freiliegenden Flächen des Substrats;
- 2b) vollständiges Entfernen der Photoresistschicht;
- 3) Übereinanderlegen und Miteinanderverbinden von mindestens zwei Fluidkanäle enthaltenden Substraten.

Schema 2 (Umkehrtechnik)

- 1) Bilden von Fluidkanalstrukturen auf den Metalloberflächen mittels einer Photoresistschicht, so daß die Metalloberflächen von der Photoresistschicht teilweise bedeckt werden;
- 2a) stromloses und/oder elektrochemisches Abscheiden eines Metalls auf die freiliegenden Flächen des Substrats, das vom Metall der Metalloberflächen des Substrats verschieden ist;
- 2b) vollständiges Entfernen der Photoresistschicht;
- 2c) zumindest teilweises stromloses und/oder elektrochemisches Abätzen des Metalls des Substrats;
- 3) Übereinanderlegen und Miteinanderverbinden von mindestens zwei Fluidkanäle enthaltenden Substraten.

In einer dritten Verfahrensvariante wird wie bei der Umkehrtechnik verfahren. Allerdings kann im Verfahrensschritt 2a) auch das Metall stromlos und/oder elektrochemisch abgeschieden werden, aus dem die Metalloberflächen des Substrats bestehen. Um ausreichend tiefe Fluidkanalstrukturen zu erhalten, muß die Dicke der abgeschiedenen Metallschicht ausreichend hoch sein. Da häufig Probleme bei der gleichmäßigen Herstellung von dicken Metallschichten, insbesondere auf großflächigen Substraten, bestehen, werden vorzugsweise kleine Substratnutzen, auf denen die Kanäle gebildet werden, eingesetzt.

Zum additiven Erzeugen der Fluidkanäle wird ausschließlich von nicht mit Metall beschichteten Folien ausgegangen. In diesem Fall wird zunächst eine Photoresistschicht auf die Folienoberflächen aufgebracht, mit dem negativen Abbild der Kanalstrukturen belichtet und anschließend entwickelt. Um eine stromlose Metallabscheidung zu ermöglichen, müssen die Folienoberflächen zunächst in geeigneter Weise vorbehandelt werden. Hierzu werden dieselben Verfahren angewendet wie zur ganzflächigen Metallisierung der Folien. Danach können die Metallstrukturen in den freiliegenden Bereichen der Photoresistschicht auf den Folienoberflächen abgeschieden werden. Anschließend wird die Photoresistschicht vollständig entfernt.

Als Fluide werden in den fertiggestellten Mikroreaktoren Flüssigkeiten und Gase prozessiert.

Auf den Substraten werden nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zu nächst Fluidkanalstrukturen gebildet, wobei ein Siebdruckverfahren oder insbesondere ein photolithographisches Verfahren eingesetzt wird. Hierzu wird auf eine oder beide Oberflächen der Folie ein Photoresist aufgebracht. Im Schema der Fig. 1 ist ein Verfahren zur Bildung der Strukturen beispielhaft dargestellt (Umkehrtechnik). Der Photoresist 2 kann entweder als Film auf das Substrat 1 auflaminiert, als Flüssigkeit mit der spin-coating- oder der Vorhangtechnik oder durch Elektroabscheidung aufgetragen werden (Verfahrensschritt A in Fig. 1). Danach wird die Photoresistschicht mit dem Abbild der zu erzeugenden Fluidkanalstruktur belichtet und die Struktur anschließend in einem Entwicklungsprozeß herausgearbeitet (Verfahrensschritt 2).

Neben den Fluidkanalstrukturen können auch andere Funktionen auf den Substraten vorgesehen werden. Zum einen können sogenannte Aktoren und Sensoren in den Mikroreaktor integriert werden. Bei den Aktoren handelt es sich um extern oder durch Meßsignale automatisch ansteuerbare Schaltglieder, beispielsweise Ventile, aber auch elektrische Widerstandsheizungen oder nach dem Peltiereffekt funktionierende Kühlelemente. Mikroreaktoren, in denen Aktoren und Sensoren vorgesehen sind, lassen sich bei geeigneter regelungstechnischer Verknüpfung von Aktoren und Sensoren lokal optimieren. Gleichzeitig können die Sensorenausgänge für die externe Überwachung des Reaktorzustands (wie beispielsweise die Alterung, Vergiftung von Katalysatoren und ähnliche Parameter) verwendet werden.

Für die Aktoren und Sensoren sind gegebenenfalls auch elektrische Verbindungsleitungen zur Ansteuerung oder zur Erfassung von Meßsignalen auf den Substraten vorzusehen. Für diese Elemente müssen jeweils geeignete Strukturierungselemente beim Photoprozeß berücksichtigt werden.

Werden mit Metall beschichtete Substrate eingesetzt, so können in das Innere von Mikroreaktoren auch andere Elemente integriert werden. Beispielsweise können Mikrochips zur Steuerung von Aktoren und Sensoren integriert werden, indem in einem Kunststofflaminat eine Aussparung vorgesehen wird, in die der Mikrochip eingelassen wird. Die elektrischen Verbindungen zu entsprechenden Steuer- und Si-

gnalleitungen können durch Bonden oder andere bekannte Verbindungstechniken, wie beispielsweise durch Löten oder Kleben, hergestellt werden.

Ferner können bei der Bildung der Strukturen neben den eigentlichen Reaktionszellen gleichzeitig auch periphere Reaktorkomponenten, wie Zuleitungen, Mischzonen, Heiz- oder Kühlkreisläufe gebildet werden, so daß der Herstellungs- und Montageaufwand verringert wird. Daher sind diese Elemente beim Photostrukturieren bereits vorzusehen. Außerdem werden auch die üblicherweise auftretenden Dichtungsprobleme minimiert.

Die einzelnen Ebenen des Reaktors können vorzugsweise im Mehrfachnutzen hergestellt werden. Hierzu werden die einzelnen Ebenenbilder auf einer größeren Platte oder Folie als nebeneinander liegende Felder gebildet. Diese Elemente werden nach der Fertigstellung voneinander getrennt und können anschließend in einem Stapel zusammengefügt werden. In Fig. 2 ist die Anordnung mehrerer Ebenen zu einem Stapel mit kreuzweise zueinander angeordneten, identischen Fluidkanalstrukturen, dargestellt.

Anschließend können die nun freiliegenden Metallbereiche, die nicht vom Resist bedeckt sind, weiterbearbeitet werden. Hierzu stehen stromlose oder elektrochemische Verfahren zur Verfügung. Vorzugsweise wird entweder das Material der Metallfolie zumindest teilweise abgetragen, um die Kanäle zu bilden, oder es werden weitere Metallschichten auf den freiliegenden Bereichen der Folie durch stromlose oder elektrochemische Verfahren oder durch eine Kombination dieser Verfahren aufgebaut (Fig. 1). Beim erstgenannten Verfahren werden die Fluidkanalstrukturen derart gebildet, daß nach dem Entwickeln des Photoresists das Abbild der Kanäle freigelegt wird. Beim Umkehrverfahren werden diese Bereiche dagegen vom Photoresist bedeckt gehalten, während die übrigen, nicht die Kanalstrukturen betreffenden Bereiche freigelegt werden.

Nach der Umkehrtechnik wird auf den freiliegenden Bereichen der Metalloberfläche eine Metallresistschicht 3 aufgebracht (Verfahrensschritt C in Fig. 1). Hierzu wird ein Metall abgeschieden, das vom Metall der Metalloberfläche des Substrats verschieden ist. Vorzugsweise wird eine Zinn-, Blei-, Blei/Zinn-Legierungs-, Wismut-, Zinn/Wismut-, Nickel- oder Kobaltschicht oder eine Legierung von Nickel und Kobalt miteinander oder mit anderen Elementen wie Bor oder Phosphor aufgetragen. Durch Verwendung dieser Metalle können die unter den Photoresistschichten liegenden Metallschichten nach dem Entfernen der Photoresistschicht geätzt werden, ohne daß die Metallresistschichten angegriffen werden. Das Verfahren bietet den Vorteil, daß die Photoresistschicht gegenüber der Ätzlösung keine ausgezeichnete chemische Beständigkeit aufweisen muß.

Nachdem die Metallschicht in den freiliegenden Bereichen nach dem Ätztechnik-Verfahren zumindest teilweise abgeätzt worden ist, oder nachdem die Metallresistschicht nach der Umkehrtechnik aufgetragen worden ist, wird die Photoresistschicht entfernt (Verfahrensschritt D in Fig. 1). Nach der Umkehrtechnik werden die Substrate dann in einem Ätzbad behandelt, das das Substratmaterial angreift, nicht jedoch die Metallresistmaske (Verfahrensschritt E). Nach der Ätztechnik wird das Substrat nach dem Bilden der Fluidkanalstrukturen in der Photoresistschicht geätzt. In beiden Fällen werden dadurch Strukturen aus dem Substrat herausgearbeitet. Durch das Abtragen des Metalls der Metallfolie oder der Metallbeschichtung werden die Fluidkanäle gebildet.

Anschließend können mehrere derart hergestellte Reaktorebenen übereinander gestapelt und miteinander verbunden werden (Verfahrensschritt F).

Wird als Metallresist ein lötfähiges Metall eingesetzt, so

wird bei diesem Verfahren gleichzeitig eine Schicht erhalten, die das nachfolgende Zusammenfügen der strukturierten Lagen zu einem Stapel erleichtert. Eine mögliche Kombination ist die Verwendung von Kupfer als Folienmaterial bzw. als Metallbeschichtung und Zinn bzw. eine Zinn/Blei-Legierung als lötfähiges Metallresist. Das galvanische Aufbringen von Silber enthaltendem Lot, das auch für das Hartlöten eingesetzt wird, ist ebenfalls möglich.

Bei Anwendung des Umkehr-Verfahrens besteht eine andere Verfahrensweise zur Bildung derartiger lötfähiger Schichten darin, auf den von der Photoresistschicht nicht bedeckten, freiliegenden Flächen der Metallfolie oder der Metallbeschichtung eine Zinnschicht aufzubringen, auf die wiederum Wismut abgeschieden wird. Bringt man derartig beschichtete Flächen beim Stapeln der einzelnen Reaktorebenen zusammen, so bildet sich an der Grenzfläche zwischen Wismut und Zinn ein niedrig schmelzendes eutektisches Gemisch. In diesem Gemisch sind etwa 58 Gew.-% Wismut enthalten. Die Mischung weist eine Schmelztemperatur von unter 140°C auf. Die Ebenen lassen sich beim Schmelzpunkt der eutektischen Legierung miteinander verlöten. Anschließend wird die Verbindung getempert, wobei Wismut weiter in das Zinn hinein diffundiert. Damit ändert sich die Zusammensetzung der Legierung, so daß sich der Schmelzpunkt der Metallschicht erhöht. Eine derartig hergestellte Lötverbindung bleibt deshalb nach dem Tempern weit über der ursprünglichen Löttemperatur beständig. Für das spätere Zusammenfügen des Reaktorstapels ergibt sich daher der zusätzliche Vorteil, daß das Aufbringen einer lötfähigen und temperaturbeständigen Schicht einfach in den Gesamtprozeß integriert werden kann.

Weiterhin können auf den Metalloberflächen weitere Metallschichten abgeschieden werden, sofern spezifische Anforderungen des jeweiligen Anwendungsfalles dies voraussetzen. So lassen sich beispielsweise besonders verschleißbeständige Schichten gegen Korrosion und Abrasion, beispielsweise aus Chrom, einer Nickel/Phosphor-Legierung oder Palladium, oder Oberflächen aus katalytisch aktivem Metall (Platin, Palladium) elektrolytisch oder stromlos abscheiden. Auch magnetische Schichten, beispielsweise aus einer ferromagnetischen Nickel/Kobalt-Legierung kann für bestimmte Anwendungen, wie beispielsweise für den Einsatz von Magnetventilen als Aktoren notwendig sein. Weiterhin kann die Oberflächenstruktur auch durch Ätztechniken aufgeraut oder geglättet werden.

Zur Erzeugung komplexer dreidimensionaler Fluidkanalstrukturen im Mikroreaktor müssen Verbindungen zwischen den verschiedenen Kanalebenen gebildet werden. Hierzu ist eine durchgehende Strukturierung des Substratmaterials erforderlich. Diese kann vor dem Montieren der einzelnen Ebenen zu einem Stapel entweder in einem seriellen Prozeß, wie beispielsweise durch Laserbohren oder mechanisches Bohren, verwirklicht werden. Alternativ besteht auch die Möglichkeit, in einem zweiten Photostrukturierungsprozeß nach der Bildung der Fluidkanäle die Stellen der Reaktorebenen ungeschützt zu lassen, die in einem zweiten Ätzprozeß weiter abgetragen werden, bis das Substratmaterial an dieser Stelle eine durchgehende Verbindung zur gegenüberliegenden Seite des Substrats aufweist.

In Fig. 3 ist die Bildung von durchgehenden Lochungen durch das Substratmaterial schematisch gezeigt. Danach wird das Substrat, beispielsweise mit einem Metallkern 1 und aus Metall bestehenden Fluidkanalwänden 4, mit einer Photoresistschicht 2 überzogen (Verfahrensschritt B in Fig. 3). Diese wird durch Belichten mit einem geeigneten Layout belichtet und entwickelt, so daß an den Stellen, an denen die Durchgangslochungen gebildet werden sollen, freiliegende Bereiche des Metallkerns entstehen (Verfahrensschritt C).

Anschließend wird der Metallkern unter Bildung von Durchgangslochungen 5 geätzt (Verfahrensschritt D) und danach die Photoresistschicht wieder entfernt (Verfahrensschritt E).

Derartige Ätzverfahren können auch eingesetzt werden, um in einzelnen Lagen des aus mehreren Substraten bestehenden Mikroreaktors das Metall durch Abätzen in begrenzten Bereichen vollständig zu entfernen. Damit können lichtdurchlässige Fenster gebildet werden, beispielsweise um einen Lichtstrahl von einer Lichtquelle durch einen Fluidkanal zu leiten. Mittels derartiger Fenster, die vorzugsweise durch eine transparente Lage eines Kunststoffes gebildet werden, um den Flüssigkeitsdurchtritt zu verhindern, können Analysen mittels einer Lichtabsorptions- oder -emissionsmessung durchgeführt werden, wenn zusätzlich ein geeigneter Lichtsensor vorgesehen ist.

Als Ätzverfahren kommen bei der Verwendung von reinen Metallfolien vor allem chemische und elektrochemische Verfahren zum Einsatz. Für Kupferfolien kann beispielsweise eine salzsaure Lösung von Kupfer(I)-chlorid oder Eisen(III)-chlorid verwendet werden. Für Aluminiumfolien ist eine alkalische Lösung geeignet. Bei Verwendung von Kunststoffträgern, beispielsweise aus Polyimid, kann ein Plasma- oder Laserätzverfahren eingesetzt werden. Auch die Durchgänge zwischen den Reaktorebenen können im Mehrfachnutzen gebildet werden, so daß wiederum der Vorteil der Zeitersparnis und der Gleichmäßigkeit des Ätzverfahrens für alle Durchgangslochungen besteht. Im Gegensatz zu mechanischen Bohrvorrichtungen können Ätzvorrichtungen ohne Probleme kontinuierlich betrieben werden. Eine Produktionsunterbrechung durch den Defekt eines Werkzeugs, wie häufig beim Bohren, kann ausgeschlossen werden.

Zudem erlaubt die Photostrukturierung die Erzeugung von Verbindungskanälen, die wesentlich kleiner sind als die durch mechanisches Bohren erzeugten Kanäle. Für den Aufbau eines Zu- und Ableitungssystems ist dieser Vorteil unerheblich. Er erlaubt aber den Aufbau eines feinstrukturierten dreidimensionalen Verbindungsnetzwerkes. Dies ist notwendig, wenn ein Reaktorstapel nicht nur aus der Schichtung identischer Reaktorkammern besteht, sondern zusätzliche Komponenten, beispielsweise für die chemische Analyse oder zur kontrollierten Dosierung weiterer Substanzen, enthält. Insgesamt ist es daher von Vorteil, wenn die Technik zur Verknüpfung der einzelnen Ebenen untereinander die gleiche strukturelle Vielfalt und Präzision erlaubt, wie sie bei der Strukturierung der Ebenen verwendet wird.

Bevorzugt werden größere Nutzen des Substrats mit mehreren Ebenenelementen des Reaktors in einer Durchlaufanlage mit horizontalem Transport bearbeitet. Derartige Anlagen sind aus der Leiterplattenfertigung bekannt. Dadurch wird eine gleichmäßige und schnelle Behandlung aller durchlaufenden Substrate erreicht.

Zur Anpassung an die gewünschte Durchflußmenge des Fluids muß eine geeignete Anzahl von Ebenen in einen Stapel integriert werden. In Fig. 4 ist die Bildung eines Stapels aus drei Elementen dargestellt. Ausgehend von einzelnen Lagen 1 und einem abschließenden Deckel 6 wird ein Stapel gebildet, der danach beispielsweise durch Erhitzen mittels der Lotschicht 3 verlötet wird (Verfahrensschritt B in Fig. 4). Solche Stapel können dann wieder als Reaktormodule betrachtet und gegebenenfalls zu größeren Blöcken zusammen geschaltet werden.

Beim Zusammenfügen der Reaktorebenen zu Stapeln müssen zwei Voraussetzungen erfüllt werden: zum einen das Fixieren der Ebenen gegeneinander und zum anderen das Abdichten der durchströmten Strukturen. Günstig ist es, die Stapel mit Frontplatten abzuschließen, die so ausgelegt

sind, daß sie die beim Betrieb des Reaktors unter Überdruck entstehenden Kräfte aufnehmen können. Mehrere Ebenen werden derart zu einem Stapel integriert, daß die Ebenen gegeneinander paßgenau fixiert und abgedichtet werden.

Hierzu werden geeignete Registrierungselemente verwendet. Besonders geeignet sind die aus der Leiterplatten- und Halbleiterfertigung bekannten Techniken, wie beispielsweise die Anbringung und Verwendung von sogenannten Tooling Holes oder optischen Markern.

Die Ebenen können nach DIN 8593 durch Pressen, Löten, Schweißen oder Kleben zusammengefügt werden. Die Auswahl der Technik richtet sich nach den Betriebsparametern des Mikroreaktors. Wichtige Betriebsparameter sind die Temperatur, der Druck, mechanische Belastungen und die chemische Zusammensetzung der Reaktionskomponenten. Vorzugsweise wird ein Lötverfahren eingesetzt, da sich bei Anwendung des Umkehrverfahrens die Vorbereitung eines Lötprozesses durch Abscheidung geeigneter Lotschichten in das Herstellverfahren integrieren läßt.

Da beim Betrieb des Mikroreaktors unter Druck an den Stirflächen des Stapels Kräfte auftreten, welche die mechanische Stabilität der äußeren mikrostrukturierten Ebenen übersteigen würden, müssen in geeigneter Weise dimensionierte Frontplatten, die den Stapel abschließen, vorgesehen sein. Diese nehmen die Kräfte auf. Die Fixierung der Frontplatten gegeneinander läßt sich beispielsweise durch eine geeignete Verschraubung realisieren.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann die chemische und morphologische Struktur der inneren Reaktoroberfläche nach dem Zusammenfügen des Reaktors modifiziert werden. Hierfür wird geeignetes Fluid (Flüssigkeit, Gas) durch den Reaktor geleitet. Eine derartige Prozeßfolge ist notwendig, wenn die beim Fügen verwendeten Prozeßparameter nicht mit den für die Reaktion optimalen Oberflächen kompatibel sind. Beispielsweise kann die lötbare Zwischenschicht durch außenstromloses Aufbringen einer chemisch beständigeren Nickellegierungsschicht 7 überdeckt werden (Verfahrensschritt C in Fig. 4). Tritt ferner beim Fügen eine Temperaturerhöhung auf, so kann sich durch Rekristallisation die Oberflächenmorphologie der Metalloberfläche nachteilig verändern. In einem solchen Fall ist es möglich, die Oberflächenstruktur durch das Hindurchleiten einer geeigneten Ätzlösung oder durch Abscheiden einer weiteren Metallschicht zu optimieren. Auch die chemische Zusammensetzung der Oberfläche kann durch den Fügeprozeß gestört werden. Beispielsweise kann sich eine aus mehreren Phasen bestehende Katalysatoroberfläche durch Phasenänderung nachteilig verändern. Trägerfixierte Katalysatoren sind ebenfalls sehr empfindlich gegenüber Temperaturveränderungen.

Die inneren Oberflächen des Mikroreaktors können insbesondere auch dann nachträglich mit einer zusätzlichen Metallschicht überzogen werden, wenn durch die Füge-technik nur eine unzureichende Dichtigkeit gegenüber den Fluidströmen, die meist unter Druck durch die Kanäle hindurchgeführt werden, erreicht wird. In einem solchen Fall können beispielsweise die ungenügend abgedichteten Fugen zwischen den Ebenen nachträglich durch eine Schicht einer stromlos abgeschiedenen Kupfer- oder Nickelschicht abgedichtet werden.

In einer konsequenten Nutzung der Möglichkeiten, die sich aus einer dreidimensionalen Verbindungsstruktur ergeben, lassen sich multifunktionelle Reaktortypen realisieren. In diesen sind unterschiedliche Funktionsbereiche komplex miteinander verknüpft. So ist es möglich, mehrstufige Synthesereaktoren, bestehend aus Kaskadenschaltungen aus Misch-, Wärmetauscher- und Reaktionszonen, zu verwirklichen. In einem solchen Modul wird das dreidimensionale

Abbild der Kanalstrukturen nach der optimalen Anordnung der verschiedenen Zonen erstellt. Ein Modul läßt sich ähnlich wie ein mikroelektronisches Bauteil über seine Ein- und Ausgänge definieren. Solche Module lassen sich weiter zu neuen Reaktoren kombinieren.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Mikroreaktoren können insbesondere zur Herstellung giftiger, instabiler oder explosiver chemischer Produkte, beispielsweise von Chlorcyan, Phosgen, Ethylnoxid, Selenverbindungen, Mercaptanen, Methylchlorid, Methyljodid, Dimethylsulfat, Vinylchlorid, Phosphinen, organischen Schwefelverbindungen oder anderen chemischen Verbindungen nach bekannten Syntheseverfahren eingesetzt werden. Die separate Herstellung dieser Verbindungen wird vermieden, so daß eine gefährliche Lagerung entfällt. Falls es sich hierbei um zur Weiterverarbeitung bestimmte Zwischenprodukte handelt, werden diese Verbindungen am Ort der Produktionsanlage für das Endprodukt hergestellt und unmittelbar danach in den Reaktor der Produktionsanlage geleitet. Da derartige Verbindungen häufig instabil sind, besteht keine Gefahr, daß sich Teile des hergestellten Zwischenprodukts vor dessen Weiterverarbeitung wieder zersetzen. Des weiteren müssen auch gefährliche Zwischenprodukte nicht mehr separat behandelt werden, wie beispielsweise zur Aufarbeitung und bei der Lagerung.

Nachfolgend wird zur weiteren Erläuterung der Erfindung ein Herstellbeispiel angegeben.

Zur Herstellung eines Wärmeaustauschers in Mikrostrukturtechnologie wurde das Verfahren der Ätztechnik eingesetzt.

In Fig. 5 ist in einem Ausschnitt schematisch die Anordnung von drei aufeinanderfolgenden Kupferblechen dargestellt.

Der Mikroreaktor wurde aus einem Stapel von 60 Kupferblechen 1 gefertigt. Die Bleche wurden so strukturiert, daß ein Gas- oder Flüssigkeitsstrom in eine Richtung hindurchfließen kann. Die Lagen wurden jeweils um 90° gegeneinander gedreht gestapelt. Damit wurde ein Plattenwärmetauscher für einen Kreuzstrombetrieb gebildet.

Als Substratmaterial zur Herstellung des Wärmetauschers wurden 125 µm dicke Kupferbleche mit Abmessungen von jeweils 150 mm × 150 mm verwendet. Aus diesen Blechen wurden jeweils vier Platten für den Wärmetauscher hergestellt.

Der erste Fertigungsschritt bestand in dem Aufbringen eines photosensitiven Trockenfilmresists. Nach dem Belichten des Resists mit dem Layout und Entwickeln wurde aus den freigelegten Bereichen in einer Kupferätzlösung Kupfer in einer Dicke von 60 µm durch Abätzen entfernt. Dadurch entstand eine Kanalstruktur mit einer Kanalbreite von etwa 430 µm, die durch das Layout vorgegeben wurde, einer Kanaltiefe von 60 µm und einer Stegbreite von 70 µm. Der Photoresist wurde danach wieder ganzflächig entfernt.

Auf die strukturierten Kupferbleche wurde anschließend eine 4 µm dicke Zinn/Blei-Schicht aufgebracht.

Danach wurden die Kupferbleche in vier Segmente zerschnitten, die den einzelnen Lagen im Reaktorkpaket entsprechen. Die Segmente waren identisch strukturiert und wurden in der vorbeschriebenen Weise gestapelt.

Als Endplatten des Stapels wurden 5 mm dicke Edelstahlplatten verwendet. Der Stapel wurde durch vier an den Ecken befindliche MB-Schrauben gegeneinander verschraubt. Die hierfür nötigen Löcher 8 wurden wie die notwendigen Gas- bzw. Flüssigkeitsdurchführungen 9 in die Kupferbleche und Edelstahlplatten gebohrt. Im letzten Schritt wurden die Kupferplatten gegeneinander verlötet, indem der Stapel auf 300°C erhitzt wurde, so daß die Zinn/Blei-Schicht auf den einzelnen Kupferebenen flüssig wurde.

Ein auf diese Weise gefertigter Stapel wies jeweils 2640 Kanäle für jede Flußrichtung mit einer Querschnittsfläche von jeweils 0,7 cm² auf. Die gesamte innere Oberfläche betrug 3000 cm². Die innere Oberfläche war mit einer 4 µm dicken Zinn/Blei-Schicht bedeckt.

Für eine spezielle Anwendung zum Einsatz bei einer chemischen Synthese wurde die Zinn/Blei-Schicht durch das Hindurchleiten einer Zinn/Blei-Ätzlösung, die Kupfer nicht angreift, entfernt. In einem weiteren Verfahrensschritt wurde eine extrem dünne Palladiumschicht durch zementative Metallabscheidung aufgebracht. Der Mikroreaktor ließ sich dann zur Durchführung heterogen katalysierter Reaktionen verwenden. Da die einzelnen Ebenen trennenden Kupferbleche einen sehr hohen Wärmeübergangskoeffizient haben, eignete sich ein solcher Mikroreaktor besonders gut für stark endotherme oder exotherme Reaktionen.

Patentansprüche

1. Herstellverfahren für chemische Mikroreaktoren, umfassend mindestens ein Substrat mit Metalloberflächen mit Fluidkanälen sowie Zu- und Ableitungen für Fluide, bei dem

- 1) zunächst Fluidkanalstrukturen auf den Oberflächen des Substrats mittels photolithographischer oder Siebdruckverfahren und
- 2) die Fluidkanäle mittels der Fluidkanalstrukturen durch Metallabtrags- oder -auftragsverfahren gebildet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat in Verfahrensschritt 1) mit einer Photoresistschicht beschichtet, mit einem positiven oder negativen Abbild der Fluidkanalstruktur belichtet und anschließend entwickelt wird.

3. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Fluidkanäle in Verfahrensschritt 2) mittels stromloser und/oder elektrochemischer Metallätz- oder -abscheidungsverfahren gebildet werden.

4. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Substrat mit Stahl-, Edelstahl-, Kupfer- oder Aluminiumoberflächen verwendet wird.

5. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

- 1) Bilden von Fluidkanalstrukturen auf den Metalloberflächen mittels einer Photoresistschicht, so daß die Metalloberflächen von der Photoresistschicht teilweise bedeckt werden;
- 2a) zumindest teilweises stromloses und/oder elektrochemisches Abätzen von Metall von den freiliegenden Flächen des Substrats;
- 2b) vollständiges Entfernen der Photoresistschicht;
- 3) Übereinanderlegen und Miteinanderverbinden von mindestens zwei Fluidkanäle enthaltenden Substraten.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

- 1) Bilden von Fluidkanalstrukturen auf den Metalloberflächen mittels einer Photoresistschicht, so daß die Metalloberflächen von der Photoresistschicht teilweise bedeckt werden;
- 2a) stromloses und/oder elektrochemisches Abscheiden eines Metalls auf die freiliegenden Flächen des Substrats, das vom Metall der Metalloberflächen des Substrats verschieden ist;
- 2b) vollständiges Entfernen der Photoresist-

schicht;

2c) zumindest teilweises stromloses und/oder elektrochemisches Abätzen des Metalls des Substrats;

3) Übereinanderlegen und Miteinanderverbinden von mindestens zwei Fluidkanäle enthaltenden Substraten. 5

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß in Verfahrensschritt 2a) Zinn, Blei, Nickel, Kobalt, Wismut, Silber, Gold oder eine Legierung dieser Metalle stromlos und/oder elektrochemisch aufgetragen wird. 10

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Substrate durch Verlöten miteinander verbunden werden, indem die Zinn-, Blei-, Wismut- oder die Legierungsschicht mit dem Metall unter Wärme- einwirkung verbunden wird. 15

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß in Verfahrensschritt 2a) auf eine Seite der Substrate eine Zinn- und eine Wismut- schicht aufgetragen wird und daß die Substrate derart aufeinandergelegt werden, daß die Zinn- und die Wis- mutschichten übereinanderliegen und anschließend miteinander verlötet werden können. 20

10. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß Durchgänge in den Substraten gebildet werden. 25

11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächen der Fluidkanäle nach dem Übereinanderlegen und Mitein- anderverbinden der Substrate durch weiteres Metallab- scheiden, weiteres Metallabätzen oder Adsorbieren von chemischen Verbindungen oder von anderen che- mischen Spezies modifiziert werden. 30

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekenn- zeichnet, daß die Oberflächen der Fluidkanäle durch weiteres stromloses Abscheiden einer Palladium- oder Nickel/Phosphor-Legierungsschicht als Korrosions- schicht oder zur Bildung katalytischer Oberflächen mo- difiziert werden. 35

13. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß Ventile oder andere Aktoren in den Reaktoren durch Auftragen ferroma- gnetischer Metallschichten gebildet werden. 40

14. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß Sensoren zur Mes- sung von Eigenschaften durchströmender Fluide sowie elektrische Leitungen in den Reaktoren gebildet wer- den. 45

15. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß elektrische Wider- standheizungen oder Kühlelemente in den Reaktoren gebildet werden. 50

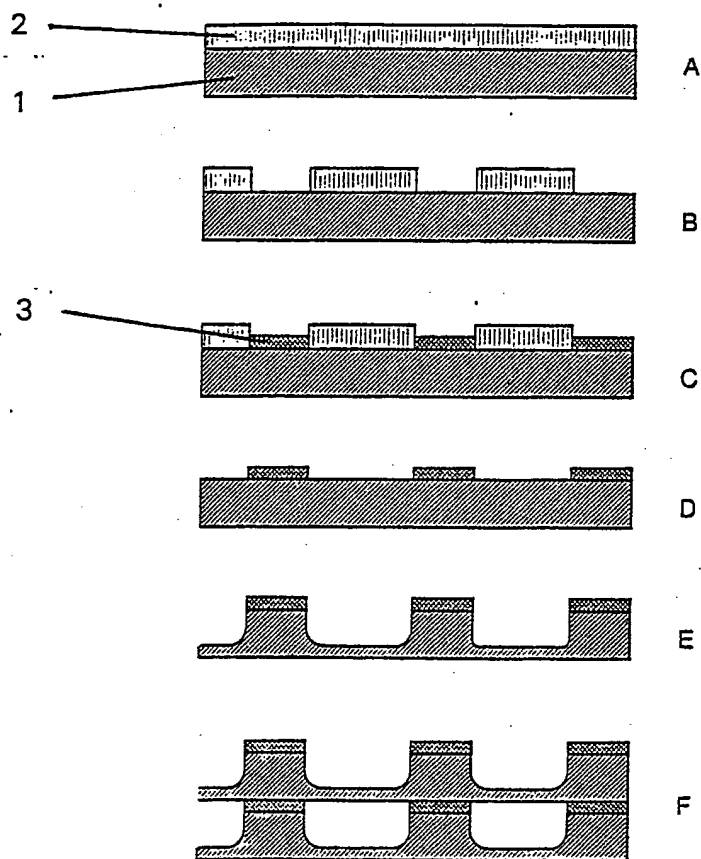
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 15, da- durch gekennzeichnet, daß in einzelnen Lagen des aus mehreren Substraten bestehenden Mikroreaktors das Metall in begrenzten Bereichen durch Abätzen voll- ständig entfernt wird, um lichtdurchlässige Fenster zu bilden. 55

17. Verwendung eines nach dem Verfahren nach den Ansprüchen 8 bis 16 hergestellten Mikroreaktors zur Herstellung giftiger, instabiler oder explosiver chemi- scher Produkte, beispielsweise von Chlorcyan, Phos- gen, Ethylenoxid, Selenverbindungen, Mercaptanen, Methylchlorid, Methyljodid, Dimethylsulfat, Vinyl- 60

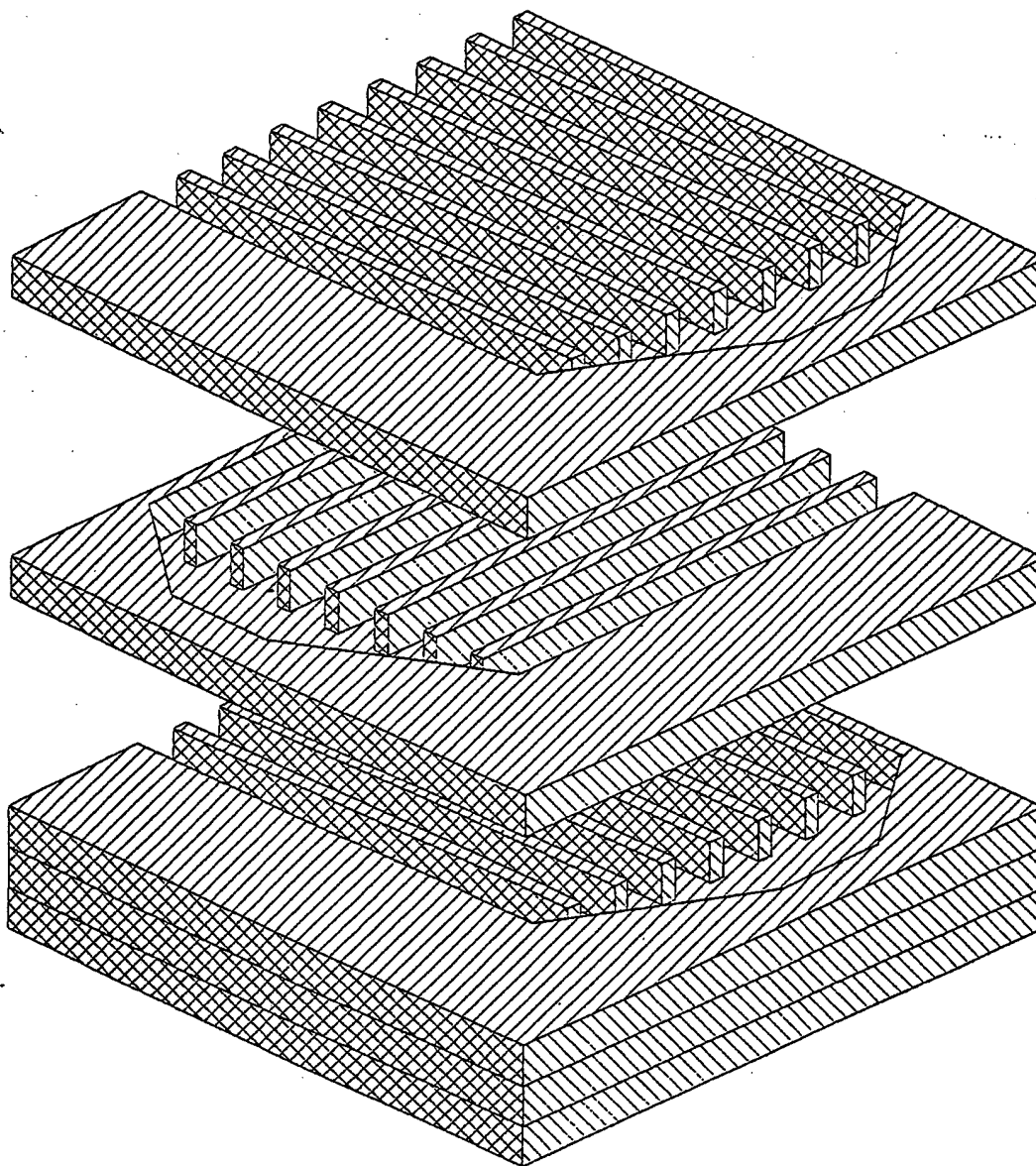
chlorid oder Phosphinen.

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

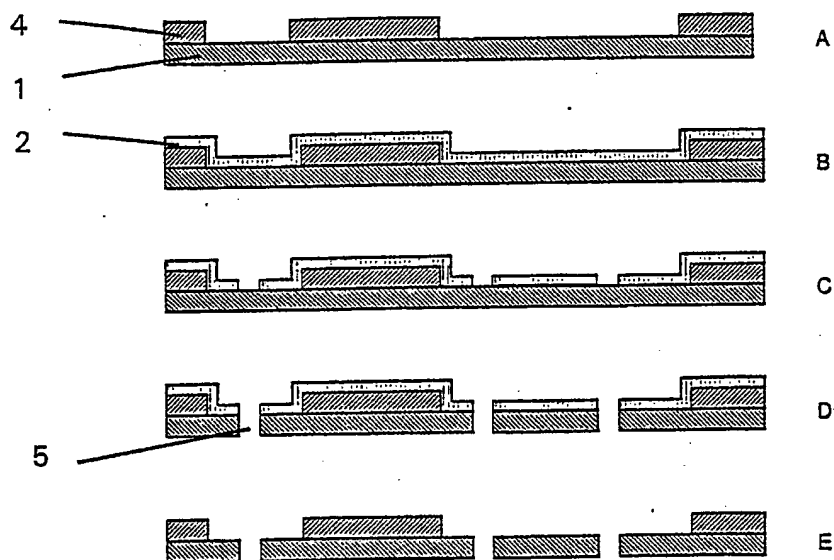
- Leerseite -



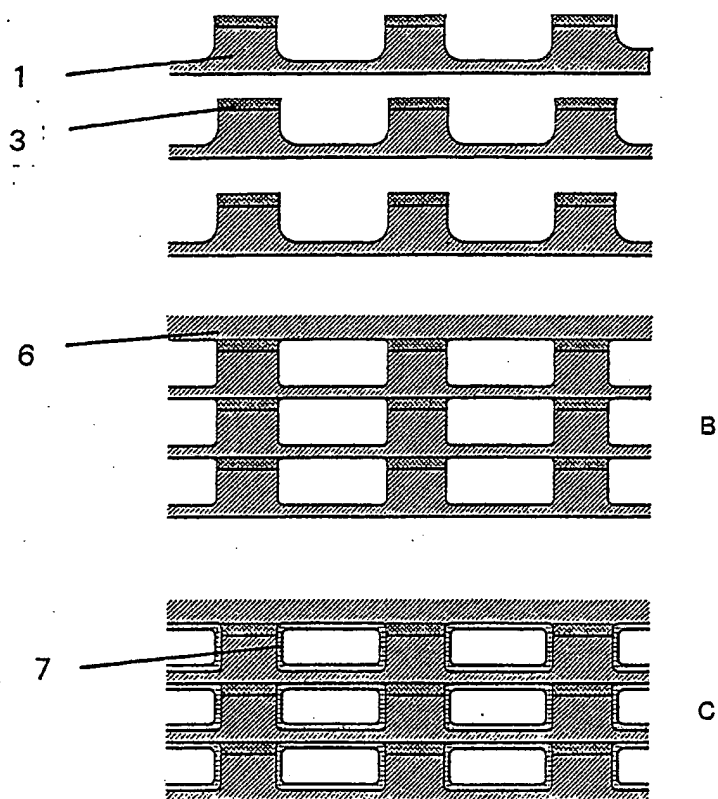
Figur 1



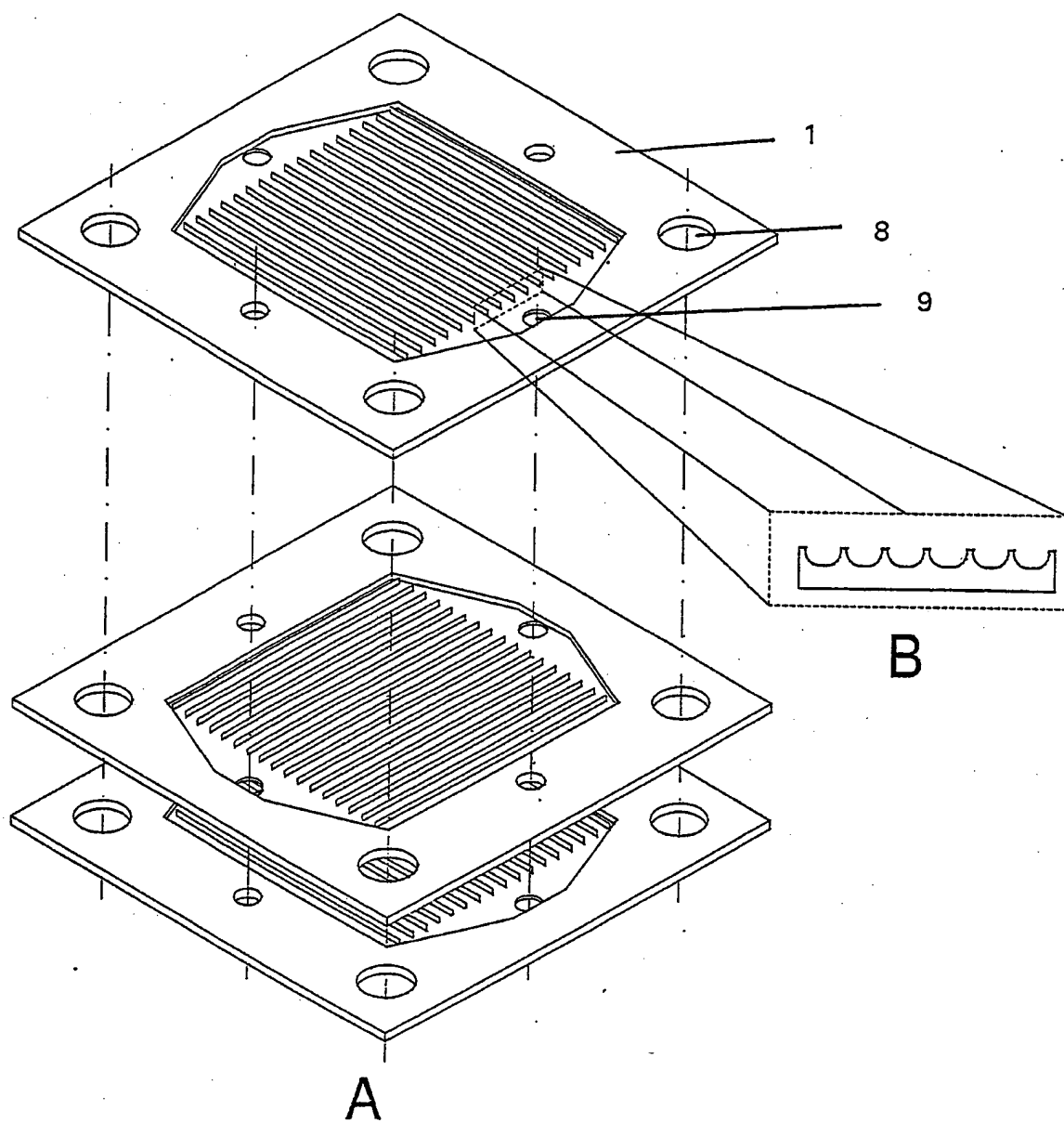
Figur 2



Figur 3



Figur 4



Figur 5

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.